

ка методик определения NL в плазме крови лабораторных животных методом ВЭЖХ и моче методом ВЭЖХ/МС, а также проведение фармакокинетических исследований всасывания и выведения лекарственного средства.

В работе использовали образец фармацевтической субстанции NL с содержанием действующего вещества 99,94 %, доказанным титриметрическим способом.

Количественное определение NL в плазме крови крыс и кроликов проводили методом ВЭЖХ. Использовали жидкостный хроматограф Милихром А-02 (ЗАО «ЭкоНова», Россия) с УФ-спектрофотометрическим детектором. Разделение осуществляли на колонке размером 75×2 мм и заполненной сорбентом ProntoSIL 120-5-C18 AQ с диаметром зерна 5 мкм. Детектирование NL проводили при длине волны 280 нм.

Количественное определение в моче крыс проводили методом ВЭЖХ/МС на масс-спектрометре QTRAP 4500 (AB Sciex, США) в комплексе с жидкостным хроматографом Infinity 1260 (Agilent Technologies, США).

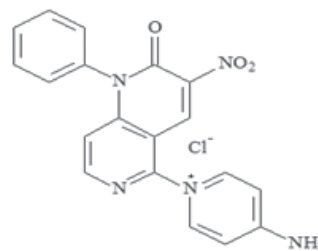


Рис. 1. Структурная формула NL

Для извлечения NL из биологических сред применяли жидкостно-жидкостную экстракцию ацетонитрилом по принципу QuEChERS.

Валидацию методик осуществляли в соответствии с требованиями «Руководства по экспертизе лекарственных средств. Том 1» (Россия) по параметрам: специфичность, линейность, правильность, повторяемость и внутрилабораторная прецизионность, надежность, стабильность.

По разработанным и валидированным методикам проведены фармакокинетические исследования всасывания и выведения NL у лабораторных животных. Рассчитаны важнейшие фармакокинетические параметры.

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЙ ОТКЛИК НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПОРОШКОВ Fe–Pt И СИСТЕМ ЯДРО-ОБОЛОЧКА Fe–Pt/Au

А.А. Лобанов, В.С. Емельянова

Научные руководители – д.х.н., профессор Ю.А. Захаров; к.х.н., доцент Н.В. Иванова

Кемеровский государственный университет

650043, Россия, г. Кемерово, ул. Красная 6, LobanovAndrey93@yandex.ru

Вопросы получения, анализа и исследования структурных особенностей би- и полиметаллических наноразмерных систем на основе переходных металлов являются весьма актуальными в настоящее время. Благодаря выраженным каталитическим и магнитным свойствам такие системы применяются в микроэлектронике, медицине, космической отрасли. Особый фундаментальный и практический интерес, как с позиции синтеза, так и с позиции исследования процессов формирования упорядоченных биметаллических фаз, а также наноразмерных частиц ядро-оболочка и их электрохимических свойств, представляет система на основе железа и платины.

Цель настоящей работы состоит в исследовании электрохимического отклика наноструктурированных порошков платина-железо и

систем ядро (Fe–Pt)-оболочка (Au). Для достижения поставленной цели был выбран один из самых доступных и хорошо зарекомендовавших себя в этой области вольтамперометрический метод, характеризующийся низким пределом обнаружения и возможностью изучения твердых образцов.

Регистрация вольтамперограмм проводилась на потенциостате/гальваностате VersaSTAT 3 в трехэлектродной ячейке. Индикаторным и вспомогательным являлись стеклоуглеродные электроды, электродом сравнения – хлоридсеребряный (0,1 М). В качестве фоновых электролитов использовались 0,1 М растворы Na₂SO₄, KCl и винной кислоты. Предварительно были выбраны условия регистрации сигналов железа и платины методом циклической вольтамперометрии. Для исследования суспензию нано-

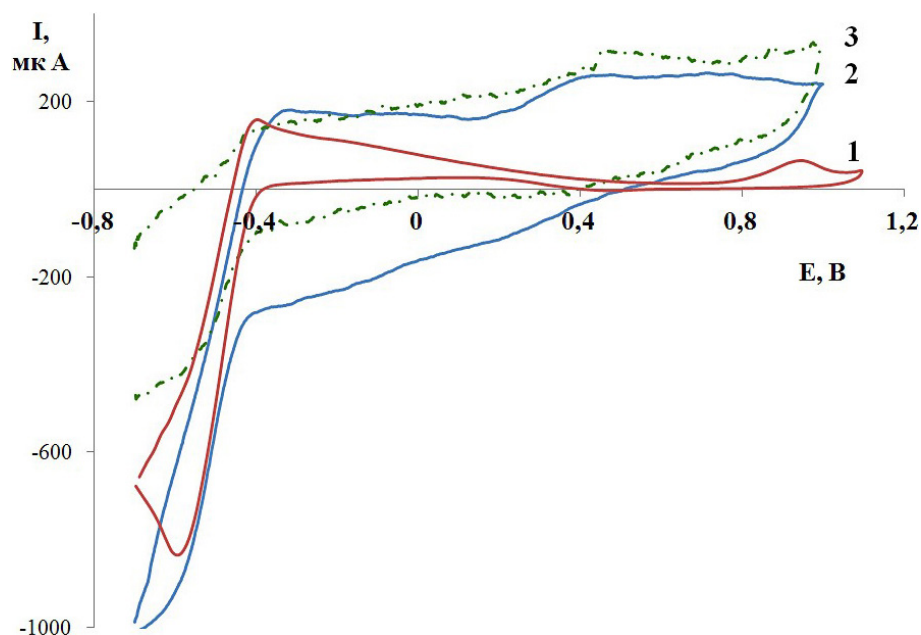


Рис. 1. Циклические вольтамперные кривые для наночастиц Fe–Pt/Au, этап 1 (1); наноструктурированного порошка Fe–Pt (50% Fe) до (2) и после (3) катодного восстановления, этапы 1 и 4, соответственно

структурированного (НС) порошка Fe–Pt или системы ядро-оболочка Fe–Pt/Au наносили на подготовленную поверхность стеклоглеродного электрода. После высыхания образец закрепляли раствором полимера ЛФ-4СК-И. Образцы синтезированы в лаборатории неорганических наноматериалов ИУХМ СО РАН (г. Кемерово).

Вольтамперометрический эксперимент состоял из следующих этапов:

1. Циклирование потенциала в области $-0,7 \div 1,1$ В, $v = 0,1$ В/с.
2. Катодное восстановление при $-1,4$ В, длительность 20 с.
3. Успокоение при $-0,7$ В, длительность 10 с.
4. Циклирование потенциала от $-0,7$ до $1,1$ В; $v = 0,1$ В/с.

Для всех рассмотренных электролитов на вольтамперных кривых, полученных для НС порошков (рис. 1) присутствуют катодный и анодный пики сорбции и десорбции ионов водорода ($-0,6 \div -0,4$ В) характеризующие наличие металлической платины в образце, также наблюдается широкий анодный максимум в области потенциалов $0,4 \div 0,7$ В, предположительно, от-

носящийся к окислению кислородсодержащих соединений железа. Катодное восстановление сопровождается увеличением тока в области потенциалов $-0,7 \div -0,6$ В, пиков окисления фазы железа обнаружить не удастся. Образцы, содержащие различное количество железа отличаются относительными величинами пиков, в целом, электрохимический отклик практически аналогичен. Для систем ядро-оболочка Fe–Pt/Au также зарегистрированы воспроизводимые пики сорбции/десорбции ионов водорода в той же области, что и для порошков, кроме того, при проведении первой развертки наблюдается пик окисления золота ($E = 0,9$ В), далее золото необратимо окисляется с поверхности электрода. Катодный пик восстановления ионов золота не зарегистрирован. Наличие электрохимического отклика от нанодисперсной платины свидетельствует о несовершенстве золотой оболочки, что подтверждается данными, полученными методом электронной микроскопии. Таким образом, вольтамперометрический метод доказал свою состоятельность в исследовании структурных особенностей нанометаллических систем на основе железа и платины.